

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-169276

(43)Date of publication of application : 20.06.2000

(51)Int.Cl.

C06D 5/00

C06B 31/32

(21)Application number : 10-348164

(71)Applicant : NIPPON KAYAKU CO LTD

(22)Date of filing : 08.12.1998

(72)Inventor : KUBO HIROMICHI  
SATO HIDEFUMI  
SAKO KENJI  
IKEDA KENJIRO

## (54) GAS GENERATING AGENT COMPOSITION

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a composition capable of maintaining a high gas generation efficiency and good in thermal stability and combustibility by including a phase-stabilized ammonium nitrate, nitroguanidine and an oxygen-containing potassium salt and regulating the content of the phase-stabilized ammonium nitrate to a specific value or below.

SOLUTION: The content of a phase-stabilized ammonium nitrate is  $\leq 45$  wt.% and an oxygen-containing potassium salt is at least one kind selected from potassium nitrate, potassium perchlorate, potassium sulfate, potassium chlorate, potassium chromate and potassium dichromate, etc. An inorganic or an organic binder for forming or both in, an amount of  $\leq 10$  wt.% are contained therein. Specifically, polyethylene glycol, polypropylene glycol, polyvinyl ether, etc., are cited. The content of nitroguanidine used as a reducing agent (a fuel) and having a high gas generation efficiency and a low combustion temperature in the composition is within the range of 35-75 wt.%.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the  
examiner's decision of rejection or application converted  
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of  
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision of  
rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開 2000-169276

(P 2000-169276 A)

(43) 公開日 平成12年6月20日 (2000.6.20)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マコ-ド (参考)	
C 0 6 D	5/00	C 0 6 D	5/00	Z
C 0 6 B	31/32	C 0 6 B	31/32	

審査請求 未請求 請求項の数 3

O L

(全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平10-348164

(22) 出願日 平成10年12月8日 (1998.12.8)

(71) 出願人 000004086

日本化薬株式会社

東京都千代田区富士見1丁目11番2号

(72) 発明者 久保 大理

兵庫県姫路市豊富町御蔭746-3

(72) 発明者 佐藤 英史

兵庫県姫路市豊富町豊富3903-39

(72) 発明者 佐古 賢二

兵庫県姫路市豊富町豊富3903-39

(72) 発明者 池田 健治郎

兵庫県姫路市豊富町御蔭746-3

(54) 【発明の名称】 ガス発生剤組成物

(57) 【要約】

【課題】 高いガス発生効率を維持しながら、熱安定性および燃焼性の良好な硝酸アンモニウムを使用したガス発生剤を提供すること。

【解決手段】 相安定化硝酸アンモニウム、ニトログアニジン、酸素含有カリウム塩を含有し、組成物中の該相安定化硝酸アンモニウムの含有量が45重量%以下であるガス発生剤組成物

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 次の (a)～(c) の各成分

(a) 相安定化硝酸アンモニウム

(b) ニトログアニジン

(c) 酸素含有カリウム塩

を含有するガス発生剤組成物であって、該相安定化硝酸アンモニウムの含有量が 45 重量%以下であることを特徴とするガス発生剤組成物。

【請求項 2】 酸素含有カリウム塩が、硝酸カリウム、過塩素酸カリウム、硫酸カリウム、塩素酸カリウム、クロム酸カリウム、ニクロム酸カリウム、過マンガン酸カリウム及びシュウ酸カリウムからなる群から選ばれる少なくとも 1 種である請求項 1 記載のガス発生剤組成物。

【請求項 3】 成型用無機及び／又は有機バインダーを 10 重量%以下含むことを特徴とする請求項 1 乃至請求項 2 のいずれか一項に記載のガス発生剤組成物。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、ガス発生剤組成物に関する。更に詳しくは自動車用エアバック又はプリテンショナーに有用なガス発生剤組成物に関するものである。

【0002】

【従来の技術】 エアバック用ガス発生剤としては、従来、アジ化ナトリウム等のアジ化金属化合物を主成分とするものが一般的であったが、その毒性及び危険性の点から、アジ化金属化合物の代わりに窒素含有有機化合物を主成分とするガス発生剤が提案されている。

【0003】 窒素含有有機化合物と無機酸化剤の組合せによるガス発生剤は多数提案されているが、インフレータの小型化及び軽量化、ガス発生効率の向上の為に、酸化剤に硝酸アンモニウムを用いたガス発生剤が特に有利である。しかし、硝酸アンモニウムを酸化剤として用いたガス発生剤は、硝酸アンモニウムに起因する特性から、幾つかの問題に直面する。1 つは、硝酸アンモニウムの燃焼性が低いことである。ガス発生剤は適切な燃焼性を持ち、また燃焼圧力指数の低いものが望まれる。燃焼性が低いと初期の着火が遅く、また高圧燃焼をさせなければならず、エアバックに要求される性能、則ち燃焼時間や容器の小型化を満たすことが出来ない恐れがある。2 つめは、熱安定性が悪いことである。硝酸アンモニウムは相転移による体積変化を起こし、特に 32℃付近で起こる相転移は体積変化が大きく、この温度を上下することを繰り返すと、ガス発生剤の強度が低下し、燃焼挙動が変化する恐れがある。また、温度サイクルによってガス発生剤の形状を保持出来ないという根本的な欠点をも有する。この問題を回避するために、相安定化硝酸アンモニウムを用いたガス発生剤が提案されている。

【0004】 例えば、WO95/04710において

は、相安定化硝酸アンモニウムとトリアミノグアニジン硝酸塩を含むガス発生剤が開示されている。また、WO96/27574及び特開平10-259085においては、相安定化硝酸アンモニウムとニトログアニジンを含有するガス発生剤が開示されている。更に、特開平10-120484においては、コーティングされた相安定化硝酸アンモニウムとニトロセルロース、ニトログリセリンを含むガス発生剤が開示されている。

【0005】 上記のガス発生剤はいずれも高いガス発生効率を持ち、燃焼スラグを生成しにくいという利点を有しているが、それらにはそれぞれ幾つかの問題点がある。

【0006】 WO95/04710において開示されるガス発生剤はトリアミノグアニジン硝酸塩に起因する激しい燃焼性により、圧力指数が高く、ガス発生剤としては燃焼制御が困難である。またトリアミノグアニジン自体の危険性が高いことにより、その取り扱いには最大の注意が必要となる。

【0007】 また、WO96/27574及び特開平10-259085においては、相安定化硝酸アンモニウムとニトログアニジンを含むガス発生剤が開示されている。これらは燃焼性が極めて悪く、燃焼速度が遅いため、インフレータとして適切に燃焼させるためには、高い圧力下で燃焼させなければならず、エアバック用インフレータの容器としては強固な構造となり、インフレータに要求される小型軽量化に相反するものとなる。一般に、ニトログアニジンは反応性に乏しく、ガス発生剤として使用可能な燃焼性を確保するためには、硝酸アンモニウムのみと組み合わせて用いることは不適當である。これを解決するためには、多量の燃焼触媒を添加しなければならず、この場合、燃焼触媒には大抵金属を含んでいるために、燃焼後に固体残さを生成し、インフレータの小型化に必要な高いガス発生率は望めない。

【0008】 また、特開平10-120484におけるガス発生剤は、適当な燃焼性を示すが、ニトロセルロース及びニトログリセリン自体の熱安定性が悪く、自動車用部品として100℃以上の耐熱性を要求されるインフレータ及びプリテンショナー用ガス発生剤としては不十分である。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、高いガス発生効率を維持しながらも、熱安定性および燃焼性の良好なガス発生剤を提供することにある。

【0010】

【課題を解決するための手段】 本発明者等は、上記課題を解決すべく鋭意検討した結果、相安定化硝酸アンモニウムを含有し特定の組成を有するガス発生剤組成物が、高いガス発生効率を持ち、熱安定性および燃焼性が良好なことを見出し、本発明を完成するに至ったものである。

【0011】すなわち、本発明は、(1) 次の(a)~(c)の各成分

(a) 相安定化硝酸アンモニウム

(b) ニトログアニジン

(c) 酸素含有カリウム塩

を含有するガス発生剤組成物であって、該相安定化硝酸アンモニウムの含有量が45重量%以下であることを特徴とするガス発生剤組成物、(2) 酸素含有カリウム塩が、硝酸カリウム、過塩素酸カリウム、硫酸カリウム、塩素酸カリウム、クロム酸カリウム、ニクロム酸カリウム、過マンガン酸カリウム及びシュウ酸カリウムからなる群から選ばれる少なくとも1種である(1)記載のガス発生剤組成物、(3) 成型用無機及び／又は有機バインダーを10重量%以下含むことを特徴とする(1)乃至(2)のいずれか一項に記載のガス発生剤組成物、に関する。

【0012】

【発明の実施の形態】本発明のガス発生剤組成物は、酸素含有カリウム塩を必須成分として使用することで、相安定化硝酸アンモニウム及びニトログアニジンの二成分からなるガス発生剤では得られなかった燃焼性を確保すると共に、良好な熱安定性を示す。一般的な温度サイクル試験においても、本発明のガス発生剤組成物は形状が崩れることなく、初期の強度を維持する。

【0013】本発明を詳しく説明する。

【0014】本発明においては、ガス発生剤の燃焼性を適切な値にするために、相安定化硝酸アンモニウム、ニトログアニジン及び酸素含有カリウム塩を必須の成分として含有する。本発明で使用する酸素含有カリウム塩の具体例としては、硝酸カリウム、過塩素酸カリウム、硫酸カリウム、塩素酸カリウム、クロム酸カリウム、ニクロム酸カリウム、過マンガン酸カリウム及びシュウ酸カリウムが挙げられる。これらのうち、特に好ましいものは過塩素酸カリウムである。また、本発明のガス発生剤組成物における酸素含有カリウム塩は、ガス発生効率を低下させない程度の量であればよいが、好ましくはガス発生剤組成物中に5~25重量%、更に好ましくは10~25重量%の範囲で含有される。

【0015】過塩素酸カリウムは反応性が高く、相安定化硝酸アンモニウム、ニトログアニジン、酸素含有カリウム塩として過塩素酸カリウムを必須成分として含有する本発明のガス発生剤組成物は、着火性、燃焼性に特に優れている。

【0016】本発明において用いられる相安定化硝酸アンモニウムは、種々のものが使用できる。使用しうる相安定化硝酸アンモニウムの例としては、硝酸アンモニウムに安定化剤として硝酸カリウム等のカリウム塩を添加したものやコーティングしたもの等が挙げられる。

【0017】本発明においては、安定化剤として10重量%以下、好ましくは3~8重量%の硝酸カリウムを添

加した相安定化硝酸アンモニウムの使用が特に好ましい。

【0018】本発明において用いられる相安定化硝酸アンモニウムの安定化剤の添加方法としては、融解した硝酸アンモニウムに添加する方法、硝酸アンモニウム水溶液に添加する方法のいずれでも良い。また、硝酸アンモニウムを水または水とアルコール等の有機溶剤との混合溶剤に融解し、これを噴霧乾燥するという方法も採用できる。後者の方法は、硝酸アンモニウムの不意の分解を完全に防止し得る点で、より安全な方法である。また、硝酸アンモニウムの溶液に安定化剤を添加して噴霧乾燥することも有効な方法である。硝酸アンモニウムの相安定化メカニズムは、その結晶構造中にカリウム原子が入り込むことで効果を発揮すると考えられている。

【0019】本発明のガス発生剤組成物において相安定化硝酸アンモニウムの含有量は45重量%以下、好ましくは15~42重量%、さらに好ましくは25~40重量%の範囲であり、45重量%以上の含有量においては、良好な燃焼性を示さない。

【0020】また、本発明のガス発生剤組成物においては還元剤(燃料)として、ガス発生効率が高く、燃焼温度の低いニトログアニジンが使用される。

【0021】本発明のガス発生剤組成物におけるニトログアニジンのガス発生剤組成物中の含有量は35~75重量%、好ましくは40~50重量%の範囲である。

【0022】本発明のガス発生剤組成物はまた、10重量%以下範囲で成型用無機及び／又は有機バインダーを含有することができる。使用しうる無機及び／又は有機バインダーの具体例としては、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリビニルエーテル、ポリマレイン酸共重合体、ポリエチレンイミド、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、ポリアクリルアミド、ポリアクリル酸ナトリウム、ポリアクリル酸アンモニウム、シリカ、アルミナ、クレイ、タルク、合成又は天然のヒドロタルサイト、カルボキシメチルセルロースの金属塩、酢酸セルロース、シリコンゴム等が挙げられる。

【0023】本発明のガス発生剤組成物の形状は、粉状、顆粒状、ペレット状のいずれのものでも良く、また混練薬剤を注型、もしくは、押し出し成形としても良い。本発明のガス発生剤組成物を所望の形状に成形する場合には、粉碎、混合された本発明のガス発生剤組成物に水を加えて混練、成形する方法が好ましい。この場合、相安定化硝酸アンモニウムと酸素含有カリウム塩のカリウムが部分的に共晶体を形成するので、相安定化硝酸アンモニウムの相安定化効果を阻害することがなく、本発明のガス発生剤組成物は所望の形状に成形できる。成形しうる形状としては、例えば錠剤状、単孔円筒状、多孔円筒状等が挙げられる。酸素含有カリウム塩以外の金属塩を用いた場合には、本発明のガス発生剤組成物に

示されるような熱安定性は望めない。

【0024】

【実施例】実施例により、本発明をより詳細に説明する。

【0025】実施例1

相安定化硝酸アンモニウム（平均粒径  $30\mu\text{m}$ 、硝酸カリウム5重量%含有）38.6重量部、ニトログアニジン（平均粒径  $20\mu\text{m}$ ）44.0重量部、過塩素酸カリウム（平均粒径  $20\mu\text{m}$ ）12.7重量部、合成ヒドロタルサイト4.7重量部をV型混合機でよく混合した。得られた混合粉末に水を噴霧添加しながら攪拌して顆粒を得た。この顆粒を所定の金型に入れ、加圧成形して、直径5mm、厚み2mmの錠剤を得た。得られた錠剤を乾燥した後、この錠剤約30gを図1に示す構造のガス発生器1に充填した。なお、ガス発生器1は、点火装置2と伝火薬3が配置された中央の点火室7と、その周囲のガス発生剤4が充填された燃焼室8と、さらにその周囲の金網5が配置された冷却フィルタ室9とから構成されている。このガス発生器1を、内容積60リットルの容器に取り付けた後、ガス発生器1を作動させ、圧力を測定した。

【0026】その結果を表1に示す。但し、図2に示すように、 $P_1$ は容器内の最大到達圧力、 $t_1$ は点火装置への通電からガス発生器の作動に至るまでの時間、 $t_2$ はガス発生器の作動から圧力 $P_1$ が得られるまでの時間を表す。

【0027】また、エアバック用ガス発生器に使用する場合の好適な時間範囲は、 $t_1$ が2~10ms、 $t_2$ が40~90msであり、この範囲を越える場合には、エアバックの適正な作動は望めない。

【0028】表1の結果から分かるように、上記で得られた本発明のガス発生剤組成物の錠剤はエアバック用ガス発生剤として適切な燃焼性能を示した。また、作動後のガス発生器および容器を観察したところ、燃焼残さはほとんど認められなかった。

【0029】次に、上記のガス発生剤組成物の錠剤を熱衝撃試験（-40℃、100℃、200サイクル）および耐熱試験（107℃、400時間）に供した結果を表2に示す。

【0030】表2の結果から分かるように、熱衝撃試験において、錠剤硬度の低下や形状の変化は全く観察されなかった。また、耐熱試験においても同様の結果であった。

【0031】実施例2

相安定化硝酸アンモニウム（平均粒径  $30\mu\text{m}$ 、硝酸カリウム5重量%含有）29.2重量部、ニトログアニジン（平均粒径  $20\mu\text{m}$ ）47.2重量部、過塩素酸カリウム（平均粒径  $20\mu\text{m}$ ）18.9重量部、合成ヒドロタルサイト4.7重量部をV型混合機でよく混合した。得られた混合粉末に水を噴霧添加しながら攪拌して顆粒

を得た。この顆粒を所定の金型に入れ、加圧成形して、直径5mm、厚み2mmの錠剤を得た。得られた錠剤を乾燥した後、この錠剤約30gを図1に示す構造のガス発生器1に充填した。このガス発生器1を、内容積60リットルの容器に取り付けた後、ガス発生器1を作動させ、圧力を測定した。

【0032】その結果を表1に示す。表1の結果から分かるように、前記の錠剤はエアバック用ガス発生剤として適切な燃焼性能である。また、作動後のガス発生器および容器を観察したところ、燃焼残さはほとんど認められなかった。

【0033】次に、上記のガス発生剤組成物の錠剤をのガス発生剤を熱衝撃試験（-40℃、100℃、200サイクル）および耐熱試験（107℃、400時間）に供した結果を表2に示す。

【0034】表2の結果から分かるように、熱衝撃試験において、錠剤硬度の低下や形状の変化は全く観察されなかった。また、耐熱試験においても同様の結果であった。

【0035】実施例3

相安定化硝酸アンモニウム（平均粒径  $30\mu\text{m}$ 、硝酸カリウム5重量%含有）38.7重量部、ニトログアニジン（平均粒径  $20\mu\text{m}$ ）42.9重量部、硝酸カリウム（平均粒径  $20\mu\text{m}$ ）13.7重量部、合成ヒドロタルサイト4.7重量部をV型混合機でよく混合した。得られた混合粉末に水を噴霧添加しながら攪拌して顆粒を得た。この顆粒を所定の金型に入れ、加圧成形して、直径5mm、厚み2mmの錠剤を得た。得られた錠剤を乾燥した後、この錠剤約30gを図1に示す構造のガス発生器1に充填した。このガス発生器1を、内容積60リットルの容器に取り付けた後、ガス発生器1を作動させ、圧力を測定した。

【0036】その結果を表1に示す。表1の結果から分かるように、前記錠剤はエアバック用ガス発生剤として適切な燃焼性能である。また、作動後のガス発生器および容器を観察したところ、燃焼残さはほとんど認められなかった。

【0037】次に、上記のガス発生剤組成物の錠剤を熱衝撃試験（-40℃、100℃、200サイクル）および耐熱試験（107℃、400時間）に供した結果を表2に示す。

【0038】表2の結果から分かるように、熱衝撃試験において、錠剤硬度の低下や形状の変化は全く観察されなかった。また、耐熱試験においても同様の結果であった。

【0039】実施例4

相安定化硝酸アンモニウム（平均粒径  $30\mu\text{m}$ 、硝酸カリウム5重量%含有）29.2重量部、ニトログアニジン（平均粒径  $20\mu\text{m}$ ）45.5重量部、硝酸カリウム（平均粒径  $20\mu\text{m}$ ）20.6重量部、合成ヒドロタル

サイト 4. 7 重量部を V 型混合機でよく混合した。得られた混合粉末に水を噴霧添加しながら攪拌して顆粒を得た。この顆粒を所定の金型に入れ、加圧成形して、直径 5 mm、厚み 2 mm の錠剤を得た。得られた錠剤を乾燥した後、この錠剤約 30 g を図 1 に示す構造のガス発生器 1 に充填した。このガス発生器 1 を、内容積 60 リットルの容器に取り付けた後、ガス発生器 1 を作動させ、圧力を測定した。

【0040】その結果を表 1 に示す。表 1 の結果から分かるように、前記錠剤はエアバック用ガス発生剤として適切な燃焼性能である。また、作動後のガス発生器および容器を観察したところ、燃焼残さはほとんど認められなかった。

【0041】次に、上記のガス発生剤組成物の錠剤を熱衝撃試験（-40℃、100℃、200 サイクル）および耐熱試験（107℃、400 時間）に供した結果を表 2 に示す。

【0042】表 2 の結果から分かるように、熱衝撃試験において、錠剤硬度の低下や形状の変化は全く観察されなかった。また、耐熱試験においても同様の結果であった。

#### 【0043】実施例 5

相安定化硝酸アンモニウム（平均粒径 30  $\mu$ m、硝酸カリウム 5 重量%含有）40.5 重量部、ニトログアニジン（平均粒径 20  $\mu$ m）46.2 重量部、過塩素酸カリウム（平均粒径 20  $\mu$ m）13.3 重量部を V 型混合機でよく混合した。得られた混合粉末に水を噴霧添加しながら攪拌して顆粒を得た。この顆粒を所定の金型に入れ、加圧成形して、直径 5 mm、厚み 2 mm の錠剤を得た。得られた錠剤を乾燥し、本発明のガス発生剤組成物の錠剤を得た。

#### 【0044】比較例 1

相安定化硝酸アンモニウム（平均粒径 30  $\mu$ m、硝酸カリウム 5 重量%含有）47.6 重量部、ニトログアニジン（平均粒径 20  $\mu$ m）41.0 重量部、過塩素酸カリウム（平均粒径 20  $\mu$ m）6.7 重量部、合成ヒドロタルサイト 4.7 重量部を V 型混合機でよく混合した。得られた混合粉末に水を噴霧添加しながら攪拌して顆粒を得た。この顆粒を所定の金型に入れ、加圧成形して、直径 5 mm、厚み 2 mm の錠剤を得た。得られた錠剤を乾燥した後、この錠剤約 30 g を図 1 に示す構造のガス発生器 1 に充填した。このガス発生器 1 を、内容積 60 リットルの容器に取り付けた後、ガス発生器 1 を作動させ、圧力を測定した。

【0045】その結果を表 1 に示す。表 1 の結果より前記錠剤は燃焼性が悪く、実施例に比較して燃焼速度が極端に遅くなっていることがわかる。また、ガス発生器が作動するまでの時間  $t_1$  も遅くなっており、着火性の悪化が認められた。

【0046】次に、上記組成のガス発生剤の錠剤を熱衝

撃試験（-40℃、100℃、200 サイクル）および耐熱試験（107℃、400 時間）に供した結果を表 2 に示す。

【0047】表 2 の結果から分かるように、熱衝撃試験において、錠剤硬度の低下や形状の変化は全く観察されなかった。また、耐熱試験においても同様の結果であった。

【0048】このように、相安定化硝酸アンモニウムの量が 45 重量%を越える場合には、ガス発生剤として適当な燃焼性を示さないことがわかる。

#### 【0049】比較例 2

相安定化硝酸アンモニウム（平均粒径 30  $\mu$ m、硝酸カリウム 5 重量%含有）60.0 重量部、ニトログアニジン（平均粒径 20  $\mu$ m）40.0 重量部を V 型混合機でよく混合した。得られた混合粉末に水を噴霧添加しながら攪拌して顆粒を得た。この顆粒を所定の金型に入れ、加圧成形して、直径 5 mm、厚み 2 mm の錠剤を得た。得られた錠剤を乾燥した後、この錠剤約 30 g を図 1 に示す構造のガス発生器 1 に充填した。このガス発生器 1 を、内容積 60 リットルの容器に取り付けた後、ガス発生器 1 を作動させ、圧力を測定した。

【0050】その結果を表 1 に示す。表 1 の結果より前記錠剤は燃焼性が悪く、実施例に比較して燃焼速度が極端に遅くなっていることがわかる。また、ガス発生器が作動するまでの時間  $t_1$  も遅くなっており、着火性の悪化が認められた。

【0051】次に、上記組成のガス発生剤の錠剤を熱衝撃試験（-40℃、100℃、200 サイクル）および耐熱試験（107℃、400 時間）に供した結果を表 2 に示す。

【0052】表 2 の結果から分かるように、熱衝撃試験において、錠剤硬度の低下や形状の変化は全く観察されなかった。また、耐熱試験においても同様の結果であった。

【0053】なお、比較例 2 は従来の技術、すなわち WO96/27574 開示組成に相当するが、この結果より燃焼性が悪く、エアバック用ガス発生剤には不適切であることが分かる。

#### 【0054】比較例 3

相安定化硝酸アンモニウム（平均粒径 30  $\mu$ m、硝酸カリウム 5 重量%含有）70.0 重量部、ニトログアニジン（平均粒径 20  $\mu$ m）30.0 重量部を V 型混合機でよく混合した。得られた混合粉末に水を噴霧添加しながら攪拌して顆粒を得た。この顆粒を所定の金型に入れ、加圧成形して、直径 5 mm、厚み 2 mm の錠剤を得た。得られた錠剤を乾燥した後、この錠剤約 30 g を図 1 に示す構造のガス発生器 1 に充填した。このガス発生器 1 を、内容積 60 リットルの容器に取り付けた後、ガス発生器 1 を作動させ、圧力を測定した。

【0055】その結果を表 1 に示す。表 1 の結果より前

記錠剤は燃焼性が悪く、実施例に比較して燃焼速度が極端に遅くなっていることがわかる。また、ガス発生器が作動するまでの時間  $t_1$  も遅くなっており、着火性の悪化が認められた。

【0056】次に、上記組成のガス発生剤の錠剤を熱衝撃試験（-40℃、100℃、200サイクル）および耐熱試験（107℃、400時間）に供した結果を表2に示す。

【0057】表2の結果から分かるように、熱衝撃試験において、錠剤硬度の低下や形状の変化は全く観察されなかった。また、耐熱試験においても同様の結果であった。

【0058】なお、比較例3は従来の技術、すなわち、特開平10-259085開示組成に相当するが、この結果より燃焼性が悪く、エアバック用ガス発生器には不適切であることが分かる。

【0059】比較例4

相安定化硝酸アンモニウム（平均粒径30 $\mu$ m、硝酸カリウム5重量%含有）38.7重量部、ニトログアニジン（平均粒径20 $\mu$ m）42.5重量部、硝酸ストロンチウム（平均粒径15 $\mu$ m）14.1重量部、合成ヒドロタルサイト4.7重量部をV型混合機でよく混合した。得られた混合粉末に水を噴霧添加しながら攪拌して顆粒を得た。この顆粒を所定の金型に入れ、加圧成形して、直径5mm、厚み2mmの錠剤を得た。得られた錠剤を乾燥した後、この錠剤約30gを図1に示す構造のガス発生器1に充填した。このガス発生器1を、内容積60リットルの容器に取り付けた後、ガス発生器1を作動させ、圧力を測定した。

【0060】その結果を表1に示す。表1の結果から分かるように、前記錠剤はエアバック用ガス発生剤として

表2

	熱衝撃試験結果
実施例1	試験前後変化無し
実施例2	試験前後変化無し
実施例3	試験前後変化無し
実施例4	試験前後変化無し
比較例1	試験前後変化無し
比較例3	試験前後変化無し
比較例4	試験前後変化無し
比較例5	形状保持せず、粉状に変化

【0066】

【発明の効果】本発明のガス発生剤組成物は、主要成分として相安定化硝酸アンモニウムを使用している従来のガス発生剤では得られなかった熱安定性及び燃焼性の両立を可能にし、ガス発生器の軽量化、小型化を実現させる。

【図面の簡単な説明】

【図1】各実施例、比較例における試験で使用したガス発生器の構造を示す要部断面模式図である。

適切な燃焼性能である。また、作動後のガス発生器および容器を観察したところ、燃焼残さはほとんど認められなかった。

【0061】次に、上記組成のガス発生剤を熱衝撃試験（-40℃、100℃、200サイクル）および耐熱試験（107℃、400時間）に供した結果を表2に示す。

【0062】熱衝撃試験の結果、比較例2の錠剤は、形状をとどめておらず、粉状に崩壊していることが確認された。また、耐熱試験においては、錠剤硬度の低下が認められた。この状態でガス発生器が作動すると燃焼速度が爆発的に速くなり、最悪の場合、ガス発生器が破壊されることも考えられる。

【0063】この結果より、酸素含有カリウム塩以外の無機酸化剤を用いた場合は、熱安定性が十分でないことがわかる。

【0064】

【表1】

表1

	$t_1$ (ms)	$t_2$ (ms)	$P_1$ (KPa)
実施例1	4	52	205
実施例2	6	73	194
実施例3	5	71	197
実施例4	6	85	180
比較例1	15	113	153
比較例2	23	400以上	50以下
比較例3	25	400以上	50以下
比較例4	6	90	171

【0065】

【表2】

耐熱試験結果

試験前後変化無し
試験前後変化無し
試験前後変化無し
試験前後変化無し
試験前後変化無し
試験前後変化無し
試験前後変化無し
錠剤硬度の低下

【図2】ガス発生器を作動して得られた本発明のガス発生剤組成物の燃焼状態を、時間と圧力の関係で示すグラフである。

【符号の説明】

1. ガス発生器
2. 点火装置
3. 伝火薬
4. ガス発生剤
5. 金網



(7)

特開2000-169276

11

12

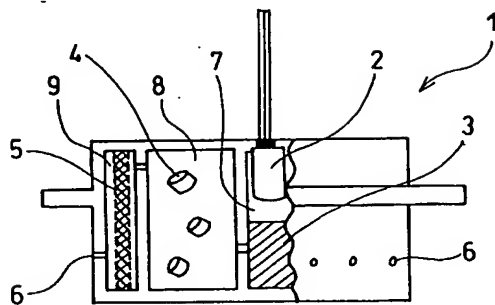
6. ガス放出孔

7. 点火室

8. 燃焼室

9. 冷却フィルタ室

【図1】



【図2】

